

真空电子辐照对碳纤维/氰酸酯复合材料的影响

张 明

(中国空间技术研究院北京卫星制造厂,北京 100190)

文 摘 利用空间带电粒子模拟设备模拟真空电子辐照环境,研究真空电子辐照条件下碳纤维/氰酸酯复合材料层间剪切强度和损失率变化规律,并利用 XPS 和 SEM 对辐照前后复合材料表面性质和断面形貌进行分析和表征。结果表明:150 keV 真空电子辐照作用对碳纤维/氰酸酯复合材料表面影响较大,随着真空电子辐照剂量增加复合材料质量损失率先快速增加后趋于平缓,而层间剪切强度先增加后略有降低。

关键词 真空电子,碳纤维,氰酸酯,辐照

Effect of Vacuum Electron Irradiation on Properties of Carbon Fiber /Cyanate Ester Composites

Zhang Ming

(Beijing Spacecrafts, China Academy of Space Technology, Beijing 100190)

Abstract The effect of vacuum electron irradiation on interlaminar shear strength and mass loss of carbon fiber/cyanate ester composites was investigated by using space simulation equipment. XPS and SEM were used to characterize the composition and fracture micrograph of composites before and after electron irradiation. The results show that vacuum electron irradiation of 150 keV has the influence on the surface of carbon fiber/cyanate ester composites, and with the increasing of irradiation fluence, the interlaminar shear strength of composites increases first, then decreases. The mass loss goes up quickly first, however, it tends to level off.

Key words Vacuum electron, Carbon fiber, Cyanate ester, Radiation

0 引言

碳纤维/氰酸酯复合材料以其高比强度和比模量、良好的尺寸稳定性和高阻尼等优点,作为结构材料在航天器上具有广泛应用前景^[1-4]。航天器在轨期间会受到空间环境的影响,尤其是在空间环境因素的长期作用下,外露结构材料的性能将发生变化,进而对航天器在轨服役期间的可靠性和寿命产生影响。尤其是真空电子与航天器材料相互作用会使材料产生电离和位移效应,对外露结构件产生较大影响。目前对碳纤维/氰酸酯复合材料真空电子作用下的性能变化规律及损伤机理研究较少^[5-8]。本文主要研究真空电子辐照作用下碳纤维/氰酸酯复合材料性能变化规律,并初步探讨其作用机理。

1 实验

以日本东丽公司生产的 T700 纤维为增强体,自制改性的氰酸酯为树脂体系。采用热压罐制备单向

T700/氰酸酯复合材料。利用空间带电粒子模拟设备进行辐照试验。实验条件为电子能量 150 keV,束流密度为 $5 \times 10^{12} \text{ e}/(\text{s} \cdot \text{cm}^2)$,辐照剂量范围为 $0-5 \times 10^{16} \text{ e}/\text{cm}^2$ 。按照 GB3356—82 标准,每组 5 个试样,利用 MTS810 型电子万能试验机测试层间剪切强度。利用英国 VG 公司生产的 ESCALAB MK IIX 光电子能谱(XPS)和日本电子株式会社 JSM-5610LV 扫描电子显微镜(SEM)分析和观察复合材料表面化学组成及层间剪切断面形貌。电子辐照后质量损失的测试在德国 Sartorius MC210S 高精度电子天平上进行,精度为 10^{-6} g 。

2 结果与讨论

2.1 质量损失率

图 1 是碳纤维/氰酸酯复合材料质量损失率随真空电子辐照剂量变化趋势,当辐照剂量 $< 3 \times 10^{16} \text{ e}/\text{cm}^2$,随着真空电子辐照剂量的增加,质量损失率快

收稿日期:2010-06-29;修回日期:2010-09-07

基金项目:国防重大基础科研项目(D0320060543)

作者简介:张明,1971 年出生,博士,高级工程师,主要从事卫星复合材料结构工艺研究。E-mail: zhangming529@163.com

速升高;当辐照剂量 $>3\times 10^{16} \text{e}/\text{cm}^2$,质量损失率趋于平缓。采用 Casino 模拟软件,对 150 keV 电子在碳纤维/氰酸酯复合材料中的穿透深度进行了分析。150 keV 电子在碳纤维/氰酸酯复合材料中的射程约为 200 μm ,因而对复合材料表面影响较大,进而导致复合材料表面质量损失较为严重。在真空电子辐照作用下,会使复合材料表面产生电离效应,表层一些化学键发生断裂,生成可挥发小分子,从而使质量损失率增加;随着真空辐照剂量继续增加复合材料表面碳富集,对复合材料起到一定的保护作用,阻止真空电子辐照对复合材料进一步破坏,从而使质量损失率随辐照剂量增加趋于平缓。

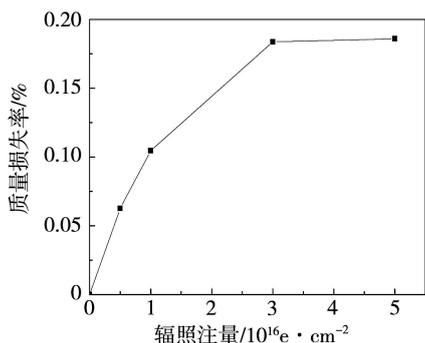


图 1 真空电子辐照对复合材料质量损失率的影响
Fig.1 Mass loss vs fluence for composites irradiated with vacuum electron

2.2 层间剪切强度

从图 2 可以看出,当辐照剂量 $<3\times 10^{16} \text{e}/\text{cm}^2$,随着真空电子辐照剂量的增加,复合材料层间剪切强度升高;当辐照剂量 $>3\times 10^{16} \text{e}/\text{cm}^2$,复合材料层间剪切强度略有下降。这是由于真空电子辐照下树脂基体降解和交联作用同时存在。在辐照剂量 $<3\times 10^{16} \text{e}/\text{cm}^2$ 时,基体受到辐照影响的部位交联网络结构增加,并且未完全固化的树脂基体发生一定程度的后固

化,使复合材料界面强度提高;当辐照剂量 $>3\times 10^{16} \text{e}/\text{cm}^2$ 时,树脂基体受真空电子辐照后表面局部化学键断键,使复合材料界面局部脱粘,从而导致界面强度略有降低。

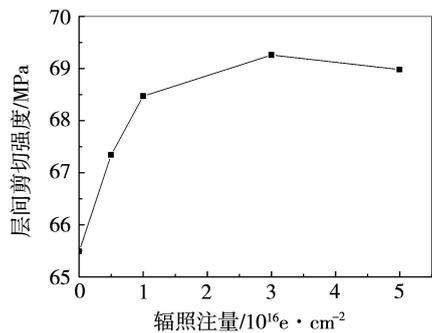


图 2 真空电子辐照对复合材料层间剪切强度的影响
Fig.2 Interlaminar shear strength vs electron irradiation fluence for composites

2.3 表面性质

从表 1 可以看出,经真空电子辐照后,材料表面的 C 元素增加,N 和 O 元素减少。这是由于真空电子能量足够可以使复合材料化学键产生断裂,辐照后复合材料表面化学键受到破坏,降解生成含有 N 和 O 元素的小分子从表面逸出,从而使复合材料表面含碳量增加。

表 1 真空电子辐照前后复合材料表面元素变化

辐照前后	C	N	O
未辐照	77.4	10.5	12.1
$3.0\times 10^{16} \text{e}/\text{cm}^2$ 辐照	78.5	9.73	11.8

2.4 断口形貌

图 3 为真空电子辐照前后复合材料层间剪切断口形貌。

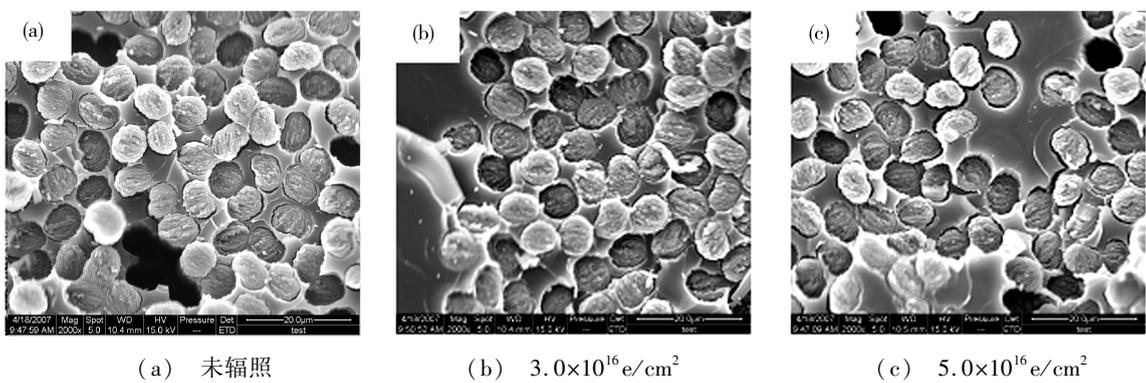


图 3 电子辐照前后复合材料层间剪切断口形貌 SEM 图

Fig. 3 SEM micrographs of interlaminar shear fractures for composites before and after vacuum electron irradiation

可以看出,经过真空电子注量 $3.0 \times 10^{16} \text{ e/cm}^2$ 辐照后的断口处孔洞数量减少且界面结合紧密,纤维表面有树脂颗粒粘连,界面变好相应使界面应力传递效率上升,界面强度提高,进而使复合材料层间剪切强度提高;随着辐照注量继续增加,断口处出现了少量的连续性纤维束拔出留下的孔洞区域,表明树脂基体和纤维之间的结合力略有减弱,从而使复合材料的层间剪切强度略有降低。

3 结论

(1)真空电子辐照作用对碳纤维/氰酸酯复合材料表面影响较大,导致复合材料表面质量损失较为严重,其质量损失率随辐照注量的增加先快速增加,在辐照注量 $>3.0 \times 10^{16} \text{ e/cm}^2$ 后趋于平缓。

(2)真空电子辐照作用对碳纤维/氰酸酯复合材料性能影响较小,层间剪切强度随辐照注量的增加而提高,在辐照注量 $>3.0 \times 10^{16} \text{ e/cm}^2$ 后略有降低。

(3)碳纤维/氰酸酯复合材料经过真空电子辐照作用后表面 C 元素含量增加,N 和 O 元素含量减少。

(4)经过真空电子辐照作用后碳纤维/氰酸酯复合材料界面得到一定程度改善,从而使界面粘结强度提高,层间剪切强度提高。

参考文献

[1] Seong H G, Lopez H F, Robertson D P, et al. Interface

structure in carbon and graphite fiber reinforced 2014 aluminum alloy processed with active fiber cooling[J]. Materials Science and Engineering, 2008, 487: 201-209

[2] Rupnowski P, Gentz M, Sutter J K, et al. An evaluation of the elastic properties and thermal expansion coefficients of medium and high modulus graphite fibers[J]. Applied Science and Manufacturing, 2005, 36(3): 327-338

[3] 任鹏刚,梁国正,顾媛娟. 卫星用 M40/BADCy 复合材料研究[J]. 材料科学与工艺, 2005, 13(6): 582-585

[4] 赵磊,梁国正,秦华宇. 氰酸酯树脂在宇航复合材料中应用[J]. 宇航材料工艺, 2000, 30(2): 17-22

[5] Gao Yu, Dong Shangli, Yang Dezhuang, et al. Mass loss effects for AG-80 epoxy resin under 120 keV proton exposure [J]. Polymer Materials Science & Engineering, 2008, 24(9): 72-75

[6] 秦伟,王洋,叶铸玉. 碳纤维复合材料电子质子综合辐照损伤研究[J]. 材料热处理学报, 2009, 30(2): 25-27

[7] 高禹,董尚利,杨德庄. 在 120 keV 质子辐照下环氧树脂的质损效应[J]. 高分子材料科学与工程, 2008, 24(9): 72-75

[8] Gao Yu, He Song, Yang Dezhuang, et al. Effect of vacuum thermo-cycling on physical properties of unidirectional M40/AG-80 composites [J]. Composites Part B-Engineering, 2005, 36(4): 351-358

(编辑 李洪泉)